

EUROPEAN PATENT OFFICE

Patent Abstracts of Japan

PUBLICATION NUMBER : 2001316336
PUBLICATION DATE : 13-11-01

APPLICATION DATE : 26-02-01
APPLICATION NUMBER : 2001049695

APPLICANT : HODOGAYA CHEM CO LTD;

INVENTOR : KOMATSU SHIHOKO;

INT.CL. : C07C209/10 C07C211/54 C08K 5/18 C08L 21/00 C08L101/00 H05B 33/14 H05B 33/22 // C09K 11/06 G03G 5/00 G03G 5/06

TITLE : METHOD FOR PRODUCING ELECTRONIC PRODUCT MATERIAL

ABSTRACT : PROBLEM TO BE SOLVED: To provide a method for producing an electronic product material, by which the electrically and chemically stable electronic product material having an excellent hole transport ability and good environmental stability can easily be provided at a low cost.

SOLUTION: This electronic product material is produced at a low cost by only one or two processes for reacting a bisarylamine derivative as a starting raw material with an aryl halide, wherein the bisarylamine derivative is selected from organic compounds industrially massively produced and sold as additives such as age resistors, antioxidants and stabilizers for natural rubber, synthetic rubbers, and plastics.

COPYRIGHT: (C)2001,JPO

THIS PAGE BLANK (USPTO)

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開2001-316336

(P2001-316336A)

(43) 公開日 平成13年11月13日 (2001. 11. 13)

(51) Int.Cl. ⁷	識別記号	F I	テ-マ-ト* (参考)
C 0 7 C 209/10		C 0 7 C 209/10	
211/54		211/54	
C 0 8 K 5/18		C 0 8 K 5/18	
C 0 8 L 21/00		C 0 8 L 21/00	
101/00		101/00	

審査請求 未請求 請求項の数 6 O L (全 14 頁) 最終頁に続く

(21) 出願番号 特願2001-49695 (P2001-49695)
(22) 出願日 平成13年 2 月 26 日 (2001. 2. 26)
(31) 優先権主張番号 特願2000-48519 (P2000-48519)
(32) 優先日 平成12年 2 月 25 日 (2000. 2. 25)
(33) 優先権主張国 日本 (J P)

(71) 出願人 000005315
保土谷化学工業株式会社
神奈川県川崎市幸区堀川町66番地 2
(72) 発明者 三木 鉄藏
茨城県つくば市御幸が丘45番地 保土谷化学工業株式会社筑波研究所内
(72) 発明者 中西 直子
茨城県つくば市御幸が丘45番地 保土谷化学工業株式会社筑波研究所内
(72) 発明者 木村 俊秀
茨城県つくば市御幸が丘45番地 保土谷化学工業株式会社筑波研究所内

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 電子製品材料の製造方法

(57) 【要約】

【課題】 優れた正孔輸送能力を有し、電氣的・化学的に安定な環境安定性の電子製品材料を、安価にしかも容易に提供する製造方法を提供すること。

【解決手段】 天然ゴム、合成ゴムおよびプラスチックの老化防止剤、酸化防止剤、安定剤等の添加剤として工業的に大量に生産販売されている有機化合物の中からビスアリールアミン誘導体を選択して出発原料に使用し、ハロゲン化アリールとのわずか1工程または2工程の安価な製造を行う。

【特許請求の範囲】

【請求項1】 ゴム・プラスチック添加剤であるビスアリールアミン誘導体を出発原料とし、トリフェニルアミン2量体またはトリフェニルアミン3量体を骨格とする環境安定性の電子製品材料を、ハロゲン化アリールと反応させる1工程で安価に合成し、トリフェニルアミン4量体を骨格とする環境安定性の電子製品材料を、ハロゲン化アリールと反応させる2工程で安価に合成することを特徴とする電子製品材料の製造方法。

【請求項2】 前記したゴム・プラスチック添加剤であるビスアリールアミン誘導体が、ジフェニルアミンにアルケンを付加する反応によって合成されたビスアリールアミン誘導体であることを特徴とする請求項1記載の電子製品材料の製造方法。

【請求項3】 前記した電子製品材料が、分子量400～2000のキャリア輸送材料であることを特徴とする請求項1または請求項2記載の電子製品材料の製造方法。

【請求項4】 前記した電子製品材料が、分子量400～2000の正孔注入材料または正孔輸送材料であることを特徴とする請求項1または請求項2記載の電子製品材料の製造方法。

【請求項5】 前記した電子製品材料が、電子写真感光体用の電荷輸送材料であることを特徴とする請求項1～請求項3記載の電子製品材料の製造方法。

【請求項6】 前記した電子製品材料が、有機電界発光素子材料であることを特徴とする請求項1、2または請求項4記載の電子製品材料の製造方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】 本発明は電子製品材料およびその電子製品材料を用いた電荷輸送材料、有機電界発光素子材料の製造方法に関するものである。

【0002】

【従来の技術】 電荷輸送材料や有機電界発光素子材料などの電子製品の化合物材料として、トリフェニルアミンの多量体が多用されている（特開平8-48656号公報）。それはこれらの化合物が優れた正孔輸送能力を有し、薄膜形成性に優れ、電気的・化学的に安定であるからである（特開平7-126226号公報、特開平7-126615号公報）。

【0003】 電子製品材料は高温環境下や発熱環境下において使用される場合、電子製品を構成する機能性膜が劣化して電子製品の寿命が短くなるという問題点があり、特に正孔輸送材料を含む電子製品においては環境安定性が求められている。有機電界発光素子の輝度半減期については、ガラス転移点の高さと相関するという報告（IEEE TRANSACTIONS ON ELECTRON DEVICES, 1239-1244, VOL. 44, NO. 8, AUGUST 1997）がなされており、アモルファス性が高く、ガラス転移点の高いキャリア輸送材料が求められている。

【0004】

【発明が解決しようとする課題】 しかしアモルファス性が高くガラス転移点の高い化合物は、一般的に分子量が大きく構造の複雑な化合物であって、しかも優れた正孔輸送能力を付与する必要性からトリフェニルアミン構造単位を有することが多いため、多段階の反応工程を経由して合成されていた。例えば特開平7-126615号公報に記載されている合成例では、置換基の少ない化合物であっても3段階を経て合成されており、必然的に高価なものとなっていた。

【0005】 一方、天然ゴム、合成ゴムおよびプラスチックの産業分野では、老化防止剤、酸化防止剤、安定剤、加硫促進剤等の添加剤として工業的に大量に生産、販売されている有機化合物類がある。タイヤやベルトなどの自動車部品、電線ケーブルやライニング、スポンジなどの工業用ゴム製品には耐熱性付与、熱劣化防止、老化防止の目的で0.1～5%添加されている。これらの有機化合物は、例えば「便覧ゴム・プラスチック配合薬品（ラバーダイジェスト社）」に掲載されており、広範な需要を有する消費量の大きな化学品であるため、容易にしかも安価に入手することが可能である。

【0006】 本発明は、天然ゴム、合成ゴムおよびプラスチックの老化防止剤、酸化防止剤、安定剤等の添加剤として工業的に大量に生産、販売されている有機化合物を電子製品材料の合成の出発原料として選択して使用し、わずか1工程または2工程の反応工程によって、トリフェニルアミンの構造単位を有する、環境安定性に優れた電子製品材料を安価に製造する方法を提供することを目的としている。

【0007】

【課題を解決するための手段】 本発明者らは一般工業薬品では無く、技術分野の異なるゴム・プラスチック添加剤に着目し、これらの添加剤を出発原料に用いる電子製品材料の合成検討を行い、これらの中でも老化防止剤として使用されているビスアリールアミン誘導体が発明の目的に適合することをつきとめて本発明を完成するに至った。すなわち本発明は、ゴム・プラスチック添加剤であるビスアリールアミン誘導体を出発原料とし、トリフェニルアミン2量体またはトリフェニルアミン3量体を骨格とする環境安定性の電子製品材料を、ハロゲン化アリールと反応させる1工程で安価に合成し、トリフェニルアミン4量体を骨格とする環境安定性の電子製品材料を、ハロゲン化アリールと反応させる2工程で安価に合成することを特徴とする電子製品材料の製造方法である。そして、本発明の電子製品材料はキャリア輸送材料、正孔注入材料、正孔輸送材料、電荷輸送材料として使用されるものである。

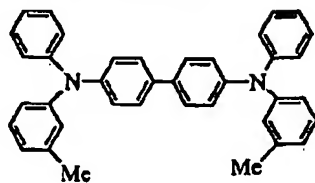
【0008】 トリフェニルアミン構造単位を導入するための典型的な反応である、ウルマン反応や2価のパラジウム化合物とトリ（ターシャリーブチル）ホスフィン

用いる反応では、数あるゴム・プラスチック添加剤の中でも主に老化防止剤として使用されている芳香族2級アミン類を原料に選択するのが最適である。これら大量に製造されている芳香族2級アミン類で代表的なものには、ビスアリアルアミン誘導体であるビス(4-ターシャリーブチルフェニル)アミン、4,4'-ビス(α,α -ジメチルベンジル)ジフェニルアミンがある。これらのビスアリアルアミン誘導体は、ジフェニルアミンをプロペンやブテン、イソブチレン、オクテン、スチレンなどのアルケンを付加することによって合成されており、前記したビス(4-ターシャリーブチルフェニル)アミンなどが豊富に供給されている。このアルケンの付加反応

においては、種々の置換数の異なるジフェニルアミンや置換位置の異なる異性体が副生する。その副生物を精留することによって、無置換フェニルと置換フェニルを有する非対称なジフェニルアミン、例えば(4-ターシャリーブチルフェニル)フェニルアミンなども製造することができる。これら種々の置換基が導入されたことによって、ビスアリアルアミン誘導体を出発原料にして製造された本発明の電子製品材料は、従来同一用途に使用されていた[化1]式の化合物に比べて環境安定性の向上が期待できるものである。

【0009】

【化1】



【化1】式

【0010】本発明の製造方法により製造された電子製品材料を精製し、その電子特性を調べたところ、これらの化合物の構造から予測される通り、これらの化合物は電荷輸送材料あるいは有機電界発光素子として充分に使用できる物性を有していた。

【0011】本発明の電子製品材料はウルマン反応または2価のパラジウム化合物とトリ(ターシャリーブチル)ホスフィンを用いる反応等によって合成される。さらに晶析や吸着、またはカラムクロマトグラフィーを行うことによって精製でき、電子製品材料として必要とされる電子特性を有する高純度品を得ることができる。

【0012】

【発明の実施の形態】本発明の電子製品材料はキャリア輸送材料、正孔注入材料、正孔輸送材料、電荷輸送材料等として電子写真感光体や有機電界発光素子の材料に使用される。これらの材料の分子量として好ましい範囲は、分子量400~2000である。

【0013】ゴム・プラスチック添加剤の中で本発明に使用されるビスアリアルアミン誘導体としては、①ビス(4-ターシャリーブチルフェニル)アミン、②(4-ターシャリーブチルフェニル)フェニルアミン、③ビス(4-オクチルフェニル)アミン、④(4-オクチルフェニル)フェニルアミン、⑤ビス(4-プロピルフェニル)アミン、⑥(4-プロピルフェニル)フェニルアミン、⑦4,4'-ビス(α,α -ジメチルベンジル)ジフェニルアミン、⑧フェニル-1-ナフチルアミン等が挙げられる。

【0014】前記した①~⑧の出発原料を使用して製造される本発明の電子製品材料としては、次のようなものが挙げられる。①N,N,N',N'-テトラキス(4-ターシャリーブチルフェニル)ベンジジン、4,4',4"-トリ

ミノ)トリフェニルアミン、N,N'-ビス[4-ビス(p-ターシャリーブチルフェニル)アミノ-4'-ビフェニル]-N,N'-ジフェニルベンジジン、②N,N'-ビス(4-ターシャリーブチルフェニル)-N,N'-ジフェニルベンジジン、4,4',4"-トリス[N-(p-ターシャリーブチルフェニル)-N-フェニルアミノ]トリフェニルアミン、N,N'-ビス[4-(p-ターシャリーブチルフェニル)フェニル]アミノ-4'-ビフェニル]-N,N'-ジフェニルベンジジン、③N,N,N',N'-テトラキス(4-オクチルフェニル)ベンジジン、4,4',4"-トリス[N,N-ビス(p-オクチルフェニル)アミノ]トリフェニルアミン、N,N'-ビス[4-ビス(p-オクチルフェニル)アミノ-4'-ビフェニル]-N,N'-ジフェニルベンジジン、④N,N'-ビス(4-オクチルフェニル)-N,N'-ジフェニルベンジジン、4,4',4"-トリス[N-(p-オクチルフェニル)-N-フェニルアミノ]トリフェニルアミン、N,N'-ビス[4-(p-オクチルフェニル)フェニル]アミノ-4'-ビフェニル]-N,N'-ジフェニルベンジジン、⑤N,N,N',N'-テトラキス(4-プロピルフェニル)ベンジジン、4,4',4"-トリス[N,N-ビス(p-プロピルフェニル)アミノ]トリフェニルアミン、N,N'-ビス[4-ビス(p-プロピルフェニル)アミノ-4'-ビフェニル]-N,N'-ジフェニルベンジジン、⑥N,N'-ビス(4-プロピルフェニル)-N,N'-ジフェニルベンジジン、4,4',4"-トリス[N-(p-プロピルフェニル)-N-フェニルアミノ]トリフェニルアミン、N,N'-ビス[4-(p-プロピルフェニル)フェニル]アミノ-4'-ビフェニル]-N,N'-ジフェニルベンジジン、⑦N,N,N',N'-テトラキス(α,α -ジメチルベンジル)ベンジジン、4,4',4"-トリス[N,N-ビス(α,α -ジメチルベンジル)アミノ]トリフェニルアミン、⑧N,N'-ビス(1-

ナフチル)-N,N'-ジフェニルベンジジン、4,4',4"-トリス〔N-(1-ナフチル)-N-フェニルアミノ〕トリフェニルアミン、N,N'-ビス〔4-(1-ナフチル)フェニル〕アミノ-4'-ビフェニル〕-N,N'-ジフェニルベンジジン。

【0015】

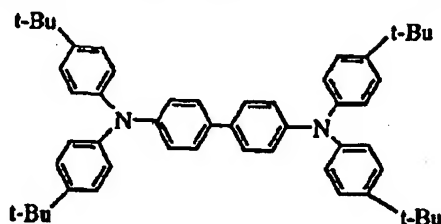
【実施例】以下本発明の化合物の製造方法および物性について、実施例により具体的に説明する。

【実施例1】ゴム用添加剤ステアラーSTAR（精工化学株式会社製）ビス（p-ターシャリーブチルフェニル）アミン28.2gに、4,4'-ジヨードビフェニル

16.3g、無水炭酸カリウム16.3g、銅粉1.1g、ニトロベンゼン30mlを混合し、窒素雰囲気下で還流して5時間反応させた。反応生成物をテトラヒドロフラン1200mlで抽出し不溶分を濾別した。濾液を乾固して得られた黒色物をシリカゲルを用いたカラムクロマトグラフィーによって精製した。精製によって、N,N,N',N'-テトラキス（p-ターシャリーブチルフェニル）ベンジジン〔化2〕式が4.5g得られた。融点は300℃以上であった。

【0016】

〔化2〕



〔化2〕式

【0017】得られた白色粉体について、NMRで化学構造を同定した。測定結果は〔図1〕（¹³C-NMR）、〔図2〕（プロトンNMR）の通りであった。

【0018】¹³C-NMRより、化合物を構成する52個の炭素に相当する10ピークのうち、1個の脂肪族1級炭素（31.5ppm）と1個の脂肪族4級炭素（34.3ppm）、4個の芳香族3級炭素（124.0、124.7、126.5、127.6ppm）、4

個の芳香族4級炭素（135.0、145.9、146.0、147.7ppm）を検出した。

【0019】また、プロトンNMRの積分値より、芳香族水素と脂肪族水素の比率が24.0:34.8（理論値24:36）であることを確認した。

【0020】さらに、元素分析をおこなった。測定結果は〔表1〕の通りであった。

【0021】

〔表1〕元素分析結果

元素名	炭素	水素	窒素
理論値 (%)	87.6	8.5	3.9
実測値 (%)	87.4	8.5	3.6

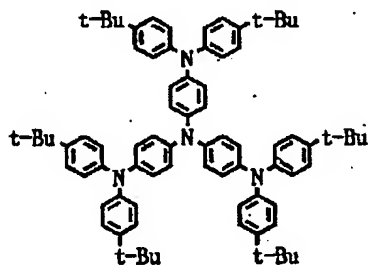
【0022】以上の¹³C-NMR、プロトンNMRおよび元素分析の結果を総合して、本反応生成物が〔化2〕式の構造であると同定した。

【0023】〔実施例2〕ゴム用添加剤ステアラーSTAR（精工化学株式会社製）ビス（4-ターシャリーブチルフェニル）アミン46.7gに、トリス（4-ヨードフェニル）アミン24.9g、水酸化カリウム21.7g、銅粉22.9g、デカヒドロナフタレン60mlを混合し、窒素雰囲気下で還流して10時間反応させ

た。得られた反応生成物をトルエン500mlで抽出し不溶分を濾別した後、濾液を乾固して得られた黒色物をシリカゲルを用いたカラムクロマトグラフィーによって精製した。精製によって、4,4',4"-トリス〔N,N'-ビス（p-ターシャリーブチルフェニル）アミノ〕トリフェニルアミン〔化3〕式が5.2g得られた。融点は300℃以上であった。

【0024】

〔化3〕



〔化3〕式

【0025】得られた乳白色粉体について、NMRで化

学構造を同定した。測定結果は図3（¹³C-NMR）

の通りであった。

【0026】 ^{13}C -NMRより、1個の脂肪族1級炭素(31.6 ppm)と1個の脂肪族4級炭素(34.3 ppm)、8個の芳香族3級炭素(124.1、124.4、125.2、125.5、126.4、128.0、128.2、128.5 ppm)、4個の芳香族4級炭素(143.4、143.6、145.5、146.2 ppm)を検出した。

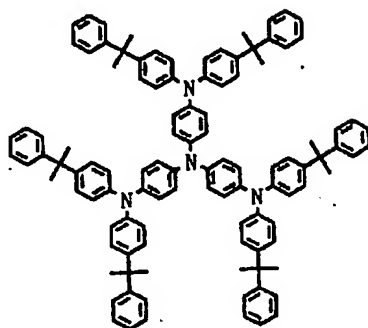
【0027】以上の ^{13}C -NMRの結果により、本反応生成物が【化3】式の構造であると同定した。

【0028】〔実施例3〕ゴム用酸化防止剤ノンフレックスDCD(精工化学株式会社製)4,4'-ビス(α,α -ジメチルベンジル)ジフェニルアミン81.1gに、

トリス(4-ヨードフェニル)アミン24.9g、水酸化カリウム21.7g、銅粉22.9g、デカヒドロナフタレン60mlを混合し、窒素雰囲気下で還流して10時間反応させた。得られた反応生成物をトルエン500mlで抽出し不溶分を濾別した後、濾液を乾固して得られた黑色物をシリカゲルを用いたカラムクロマトグラフィーによって精製した。精製によって、4,4',4"-トリス[N,N-ビス(4-(α,α -ジメチルベンジル)フェニル)アミノ]トリフェニルアミン【化4】式が5.3g得られた。融点は264~265℃であった。

【0029】

【化4】



【化4】式

【0030】得られた黄白色粉体について、NMRで化学構造を分析した。測定結果は【図4】(^{13}C -NMR)、【図5】(プロトンNMR)の通りであった。

【0031】 ^{13}C -NMRより、1個の脂肪族1級炭素(31.2 ppm)と1個の脂肪族4級炭素(43.2 ppm)、7個の芳香族3級炭素(124.0、125.5、126.2、127.5、128.3、128.7、151.6 ppm)、4個の芳香族4級炭素

(143.7、144.0、144.1、145.6、146.6 ppm)を検出した。

【0032】また、プロトンNMRの積分値より、芳香族水素と脂肪族水素の比率が66.0:36.9(理論値66:36)であることを確認した。

【0033】さらに、元素分析の測定結果は【表2】の通りであった

【0034】

【表2】元素分析結果

元素名	炭素	水素	窒素
理論値(%)	89.1	7.1	3.8
実測値(%)	89.1	7.1	3.4

【0035】以上の ^{13}C -NMR、プロトンNMRおよび元素分析の結果を総合して、本反応生成物が【化4】式の構造であると同定した。

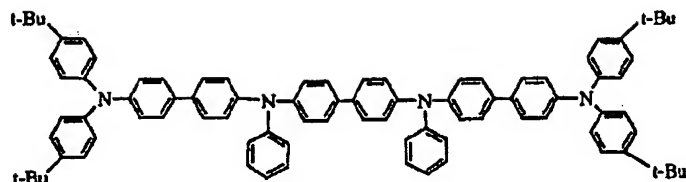
【0036】〔実施例4〕ゴム用添加剤ステアラーSTAR(精工化学株式会社製)ビス(p-ターシャリーブチルフェニル)アミン8.2gに、N-(4'-ヨード-4-ビフェニル)アセトアニリド16.6g、無水炭酸カリウム5.5g、銅粉0.51g、トリデカン70mlを混合し、窒素雰囲気下で還流して10時間反応させた。反応生成物をトルエン120mlで抽出し、イソアミルアルコール60mlと水酸化カリウム2.7gを加え、80℃で2時間攪拌した。不溶分を濾別した後、濾液を乾固して得られた黑色物をシリカゲルを用いたカラムクロマトグラフィーによって精製した。精製によっ

て、N-フェニル-N'-ビス(4-tert-ブチルフェニル)ベンジジン9.8gが得られた。

【0037】N-フェニル-N'-ビス(4-tert-ブチルフェニル)ベンジジン9.2gに、4,4'-ジヨードビフェニル3.2g、無水炭酸カリウム2.5g、銅粉0.26g、トリデカン30mlを混合し、窒素雰囲気下で還流して72時間反応させた。反応生成物をトルエン100mlで抽出し不溶分を濾別した。濾液を乾固して得られた黑色物をシリカゲルを用いたカラムクロマトグラフィーによって精製した。精製によって、N,N'-ビス[4-ビス(p-ターシャリーブチルフェニル)アミノ-4'-ビフェニル]-N,N'-ジフェニルベンジジン【化5】式が5.7g得られた。融点は300℃以上であった。

【0038】

【化5】



【化5】式

【0039】得られた白色粉体について、 ^{13}C -NMRで化学構造を解析した。測定結果は【図5】の通りであった。

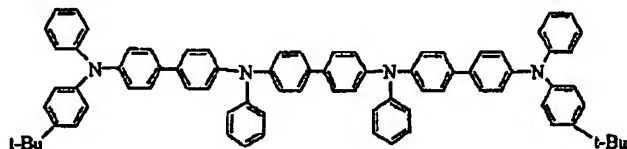
【0040】 ^{13}C -NMRより、化合物を構成する88個の炭素に相当する22ピークのうち1個の脂肪族1級炭素(31.5 ppm)と1個の脂肪族4級炭素(34.3 ppm)、11個の芳香族3級炭素(122.9, 123.3, 124.0, 124.2, 124.4, 124.5, 126.0, 127.2, 127.3, 127.4, 129.3 ppm)、9個の芳香族4級炭素(133.9, 134.9, 135.2, 145.1, 145.7, 146.5, 146.7, 147.2, 147.7 ppm)を検出した。

【0041】以上の ^{13}C -NMRの結果により、本反応生成物が【化5】式の構造であると同定した。

【0042】【実施例5】実施例4でゴム用添加剤ステアラー-STARの代わりに、ステアラー-STARの副生物を精留して得られた(4-ターシャリーブチルフェニル)フェニルアミン(精工化学株式会社製)8.0gを用いて、実施例4と同様の合成方法とカラムクロマトグラフィー精製を行って、N,N'-ビス[4-(p-ターシャリーブチルフェニル)フェニル]アミノ-4'-ビフェニル]-N,N'-ジフェニルベンジジン【化6】式が5.5g得られた。融点は184~192℃であった。

【0043】

【化6】



【化6】式

【0044】 ^{13}C -NMRより、1個の脂肪族1級炭素(31.5 ppm)と1個の脂肪族4級炭素(34.4 ppm)、24個の芳香族炭素(122.4, 122.8, 123.6, 123.9, 124.0, 124.1, 124.2, 124.3, 126.0, 127.1, 127.2, 128.9, 129.1, 129.2, 134.2, 134.7, 134.9, 144.7, 145.8, 146.3, 146.5, 146.8, 147.4, 147.7 ppm)を検出した。

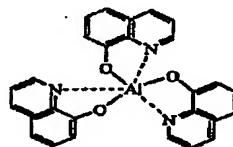
【0045】【実施例6】本発明の化合物が電子材料として使用するのに十分な電子特性を有しているか否かを、代表的なキャリア輸送材料と比較した仕事関数の測定によって評価した。本発明の化合物について表面分析計AC1(理研計器製)を用いて、代表的なキャリア輸送材料とともに仕事関数を測定した。比較するキャリア輸送材の代表としては、電荷輸送材料としてN,N'-ジメタトリル-N,N'-ジフェニルベンジジン【化1】式

を、

【0046】発光材として用いられる有機電界発光素子材料として、トリス(8-ヒドロキシキノリナト)アルミニウム【化7】式を、

【0047】

【化7】

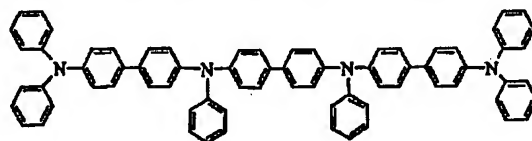


【化7】式

【0048】正孔輸送材料として用いられる有機電界発光素子材料として、特開平7-126615号公報に記載されているN,N'-ビス(4'-ジフェニルアミノ-4-ビフェニル)-N,N'-ジフェニルベンジジン【化8】式を、

【0049】

【化8】

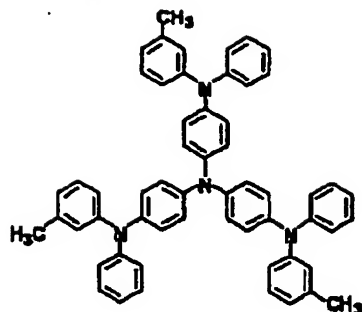


【化8】式

【0050】正孔注入材料として用いられる有機電界発光素子材料として、4,4',4''-トリス[N-(3-メチル

フェニル)-N-フェニルアミノ]トリフェニルアミン【化9】式を用いた。

【0051】



【化9】

〔化9〕式

【0052】測定結果を〔表3〕に、光照射で励起した時のキャリア放出の開始エネルギー準位を仕事関数とし

て示す。

〔表3〕

本発明の〔化2〕式の化合物	仕事関数 : 5.4 eV
本発明の〔化3〕式の化合物	仕事関数 : 5.1 eV
本発明の〔化4〕式の化合物	仕事関数 : 5.1 eV
本発明の〔化5〕式の化合物	仕事関数 : 5.2 eV
〔化1〕式の電荷輸送材料	仕事関数 : 5.4 eV
〔化7〕式の有機電界発光素子材料	仕事関数 : 5.8 eV
〔化8〕式の有機電界発光素子材料	仕事関数 : 5.2 eV
〔化9〕式の有機電界発光素子材料	仕事関数 : 5.1 eV

【0053】この結果から、本発明の製造方法で合成された化合物は、代表的なキャリア輸送材料と同程度の電子特性を有しており、電子製品材料として適性であるといえる。

【0054】

【発明の効果】本発明の製造方法によれば、天然ゴム、合成ゴムおよびプラスチックの老化防止剤、酸化防止剤、安定剤等の添加剤として工業的に大量に生産、販売されている有機化合物を電子製品材料の合成の出発原料に選択して使用し、わずか1工程または2工程で製造できるので、優れたキャリア輸送特性を有する電荷輸送材料や有機電界発光素子材料などの環境安定性に優れた電子製品材料を安価にかつ容易に提供することができる。

【図面の簡単な説明】

【図1】本発明の〔化2〕式の化合物を測定した¹³C-NMRスペクトル図である。

【図2】本発明の〔化2〕式の化合物を測定したプロトンNMRスペクトル図である。

【図3】本発明の〔化3〕式の化合物を測定した¹³C-NMRスペクトル図である。

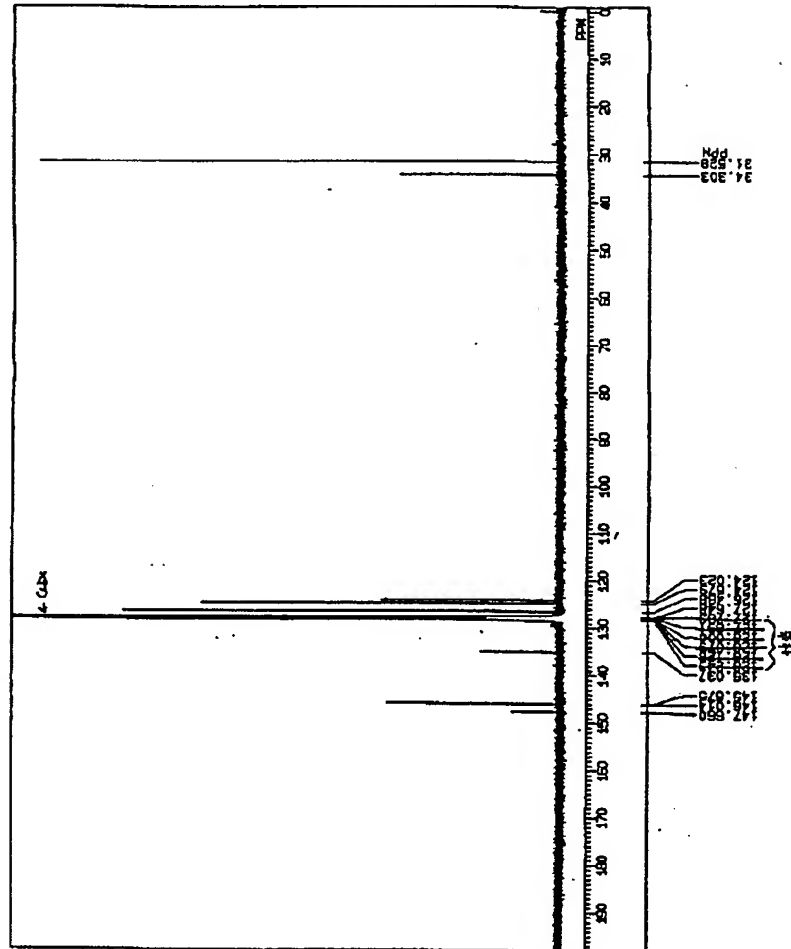
【図4】本発明の〔化4〕式の化合物を測定した¹³C-NMRスペクトル図である。

【図5】本発明の〔化4〕式の化合物を測定したプロトンNMRスペクトル図である。

【図6】本発明の〔化5〕式の化合物を測定した¹³C-NMRスペクトル図である。

【図 1】

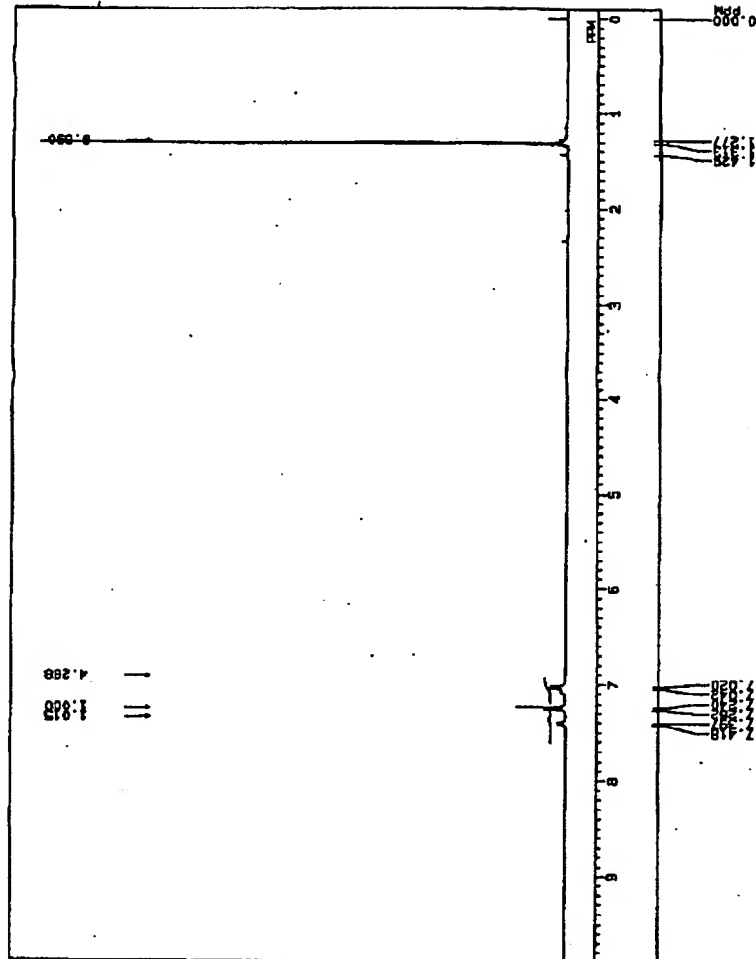
18-OCT-90	13 25:32
FILE	99101816
COM1	EL-018
EMOD	S6DM
ORNLIC	13C
OPRTN	10244.0 Hz
POINT	65535
FREQU	8000.0 Hz
SCANS	10000
AQTM	1.638 sec
PO	1.900 SEC
PHI	4.5 us
IRFIN	10300.0 Hz
IRATN	20
IRAPP	50 us
TEMP.	80.0 C
SLVNT	CDS6
EXREF	128.00 ppm
B _f	0.20 Hz
RGAIN	24



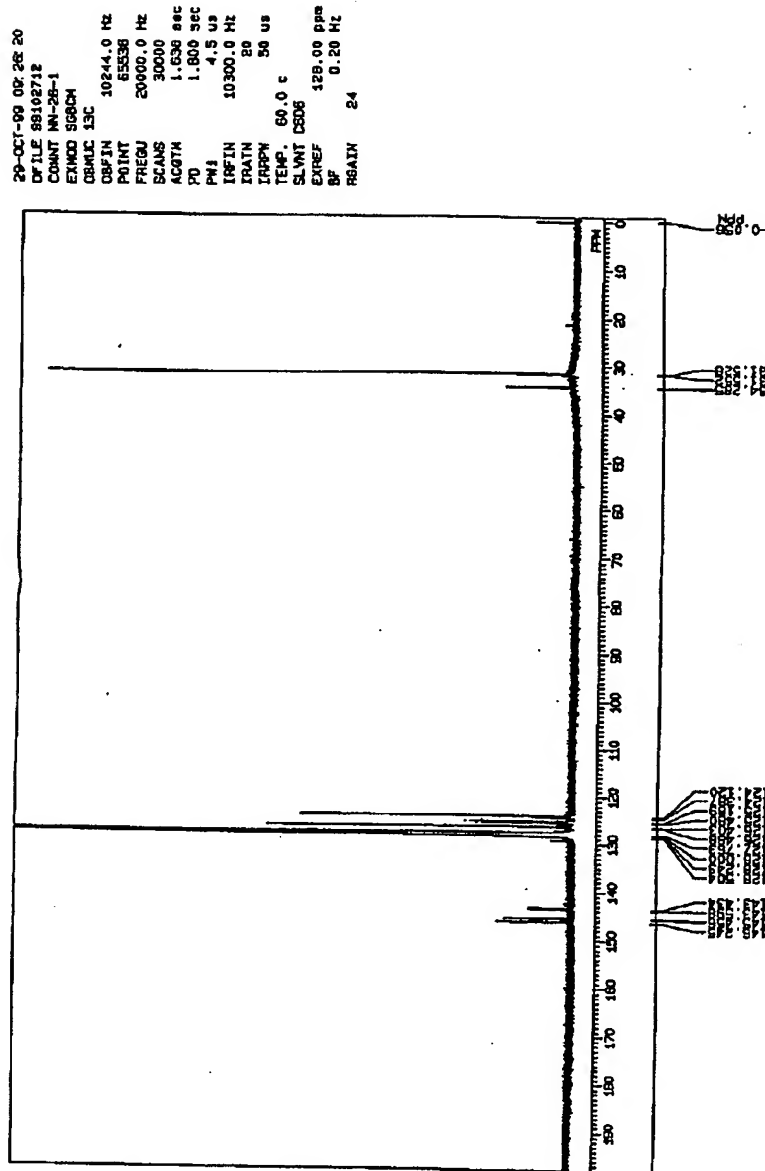
1-17

【図2】

12-JAN-00 14:15:13
DFILE 0011211
COMPT EL-016
EXH00 SCNON
DSNJC 1H
DSFTM 10300.0 Hz
PUIPT 32768
FREQU 6002.4 Hz
SCANS 16
ACQTN 2.730 sec
PD 3.000 sec
PM1 6.3 us
IPFIN 10300.0 Hz
IPFTN 0
IFRPM 30 us
TEMP. 50.0 c
SLVNT COOL3
EXREF 0.00 rpm
BF 0.10 Hz
RGAIN 18

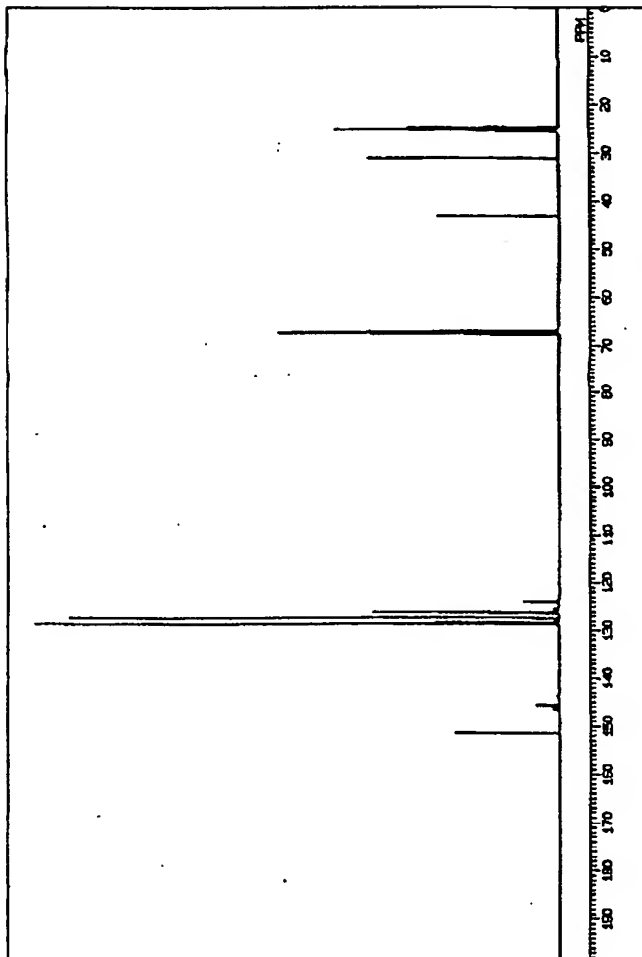


【图3】

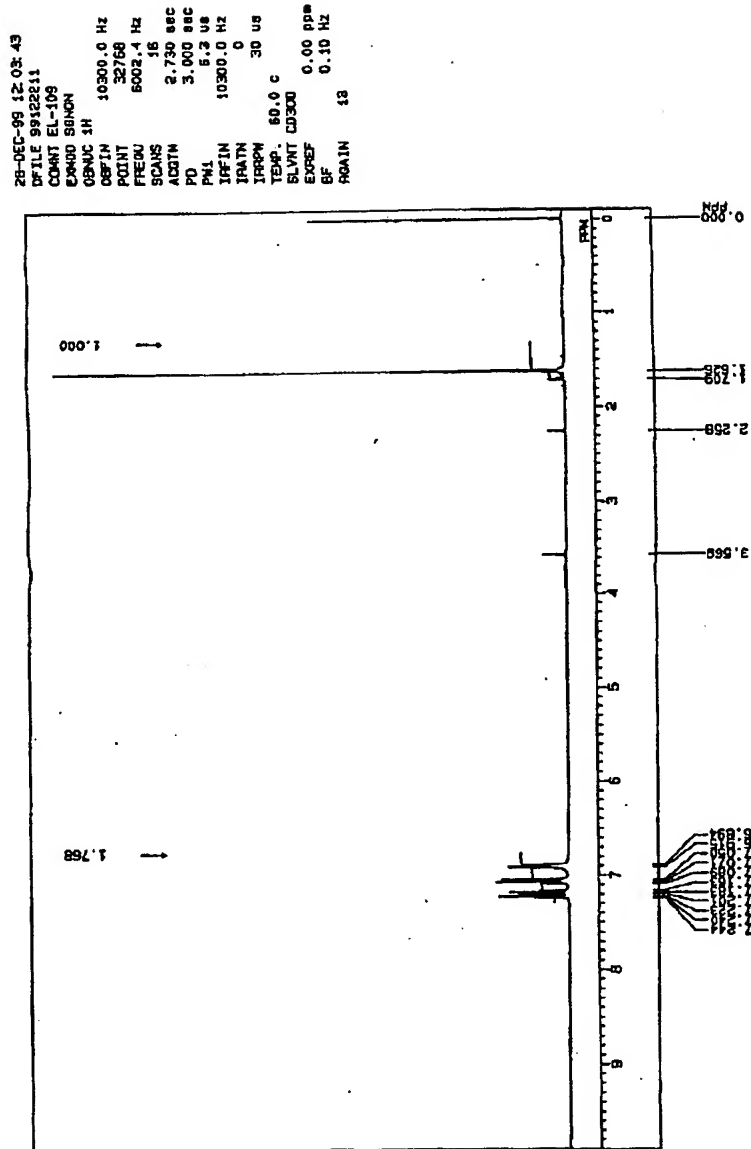


【4】

11-JAN-00 15:42:45
DFILE 99122212
COUNT EL-109
EXPOSURE 1000
GEMIC 13C
OBSERV 10244.0 Hz
POINT 65536
FREQU 20000.0 Hz
SCANS 20000
ACQTIME 1.639 sec
PD 1.800 sec
PMT 4.5 us
1PFTN 10300.0 Hz
1PMTN 20
1PPTN 50 us
TEMP. 60.0 C
SLVNT CD300
EXPOS 0.00 ppm
BF 0.20 Hz
RGAIN 25



【5】



KL 4

(72)発明者 小松 志保子
茨城県つくば市御幸が丘45番地 保土谷化
学工業株式会社筑波研究所内